

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C09J 7/00
H01L 21/304

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99123694.7

[43]公开日 2000年6月7日

[11]公开号 CN 1255522A

[22]申请日 1999.11.4 [21]申请号 99123694.7

[30]优先权

[32]1998.11.6 [33]JP [31]316059/1998

[71]申请人 琳得科株式会社

地址 日本东京

[72]发明人 近藤健 高桥和弘 峰浦芳久

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

代理人 白益华

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 用于半导体晶片加工的压敏粘合片

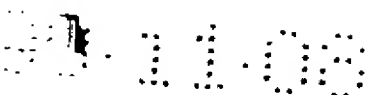
[57]摘要

一种用于半导体晶片加工的压敏粘合片,它包括基片和叠置在该基片上的一层压敏粘合层,其中在拉伸试验中在10%伸长率时,该压敏粘合片的一分钟后应力松弛率至少为40%。用于半导体晶片加工的该压敏粘合片能使薄晶片和大直径晶片的背面研磨至晶片具有相当小的厚度,而不会使晶片变形。

ISSN 1000-4274

权 利 要 求 书

1. 一种用于半导体晶片加工的压敏粘合片, 它包括基片和叠置在该基片上的一层压敏粘合层, 在拉伸试验中在, 伸长率为 10 % 时, 该压敏粘合片的一分钟
5 后应力松弛率至少为 40 %.
2. 如权利要求 1 所述的压敏粘合片, 其特征在于它的杨氏模量为 3.0×10^7 - 5.0×10^9 Pa.
3. 如权利要求 1 所述的压敏粘合片, 其特征在于基片的杨氏模量和厚度之积
10 为 1.0×10^3 - 1.0×10^7 N/m.
4. 如权利要求 2 所述的压敏粘合片, 其特征在于基片的杨氏模量和厚度之积
为 1.0×10^3 - 1.0×10^7 N/m.
5. 如权利要求 1 所述的压敏粘合片, 其特征在于压敏粘合层是由压敏粘合剂
构成, 在 23 °C 该粘合剂的弹性模量为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa.
6. 如权利要求 2 所述的压敏粘合片, 其特征在于压敏粘合层是由压敏粘合剂
15 构成, 在 23 °C 该粘合剂的弹性模量为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa.
7. 如权利要求 3 所述的压敏粘合片, 其特征在于压敏粘合层是由压敏粘合剂
构成, 在 23 °C 该粘合剂的弹性模量为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa.
8. 如权利要求 4 所述的压敏粘合片, 其特征在于压敏粘合层是由压敏粘合剂
构成, 在 23 °C 该粘合剂的弹性模量为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa.
- 20 9. 如前面任何一项权利要求所述的压敏粘合片, 其特征在于在研磨半导体晶片背面时它被用作表面保护片.



说明书

用于半导体晶片加工的压敏粘合片

5 本发明涉及用于半导体晶片加工的压敏粘合片。更具体地说，本发明涉及用于半导体晶片加工的压敏粘合片，它适用于将半导体晶片研磨至非常小的厚度。

近年来，IC 卡得到推广应用，因此日益需要降低其厚度。目前需要将半导体芯片的厚度从通常的约 350 微米降至 50-100 微米或更薄。同时，研究增加晶片的直径，以提高生产率。

10 通常在晶片表面形成电路图案后研磨晶片的背面。在研磨晶片背面时在电路表面粘附压敏粘合片，以便保护电路表面并固定晶片。在这种用途中通常使用包括涂覆压敏粘合剂的软基片的压敏粘合片。但是，在这种基于软基片的压敏粘合片中，粘合时所形成的张力以残留应力的形式积聚。当晶片具有大的直径或被研磨成很小的厚度时，压敏粘合片的残留应力超过晶片的强度，结果消除该残留应力所产生的力使晶片变形。另外，研磨后，当用软基片固定晶片时，晶片的脆性
15 导致在搬运过程中晶片碎裂。

因此，研究使用硬基片作为压敏粘合片的基片来保护薄的晶片和大直径的晶片。

但是，当剥离具有硬基片的压敏粘合片时，由于该基片是刚性的，因此剥离
20 时施加的力传递至晶片上，使已变脆的晶片具有破裂的危险。为了解决这个问题，已研究使用可能量辐照固化的压敏粘合剂作为上述压敏粘合剂，以便于剥离具有硬基片的压敏粘合片。但是，即使在使用可能量辐照固化的压敏粘合剂时也不能完全消除剥离力，结果仍存在晶片破裂的危险。

当受热时，通常用作硬基片的聚对苯二甲酸乙二醇酯膜一般会收缩。近年来
25 在晶片的背面研磨中，通常在使用磨床进行机械研磨后，再化学抛光（如蚀刻）。在化学抛光中，反应热会使晶片的温度升至约 80 °C。这种温度上升会导致具有热收缩基片（如聚对苯二甲酸乙二醇酯膜）的压敏粘合片收缩，导致晶片变形。

根据现有技术的上述状况提出了本发明。本发明的目的是提供一种用于半导体晶片加工的压敏粘合片，它能将薄的晶片和大直径的晶片背面研磨至该晶片具
30 有相当薄的厚度，而不会使晶片弯曲。

本发明用于半导体晶片加工的压敏粘合片包括基片和叠置在该基片上的一层压敏粘合层。

其中在拉伸试验中在 10 % 伸长率时, 该压敏粘合片的一分钟后应力松弛率至少为 40 %.

上述压敏粘合片的杨氏模量较好为 3.0×10^7 - 5.0×10^9 Pa.

另外, 基片的杨氏模量和厚度之积较好为 1.0×10^3 - 1.0×10^7 N/m. 此外,
5 压敏粘合层较好由压敏粘合剂组成, 在 23 °C 压敏结合剂的弹性模量为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa.

适用于半导体晶片加工的本发明上述压敏粘合片能研磨, 尤其是研磨半导体晶片的背面, 直至该晶片具有相当薄的厚度, 而不会使晶片变形.

下面, 将更详细地说明本发明.

10 本发明用于半导体晶片加工的压敏粘合片包括基片和叠置在该基片上的一层压敏粘合层.

本发明压敏粘合片具有优良的应力松弛性能. 具体地说, 在拉伸试验中在 10 % 伸长率时, 该压敏粘合片的一分钟后应力松弛率至少为 40 %, 较好至少为 50 %, 最好至少为 60 %. 应力松弛率越高, 获得的效果就越好. 理论上应力松弛率的上限为 100 %. 有时应力松弛率的上限为 99.9%, 或者 99 %, 或者 95 %.

15 本发明压敏粘合片具有优良的应力松弛性能, 使得该压敏粘合片粘附于被粘物上以后, 其残余应力立即下降. 因此, 即使晶片上粘附压敏粘合片并且被研磨至厚度变得相当薄, 从而使晶片变脆, 该晶片仍不会变形, 因为压敏粘合片的残留应力相当小.

20 应力松弛率是用下列方法测得的, 即以 200mm/min 的速率拉伸给定长度的压敏粘合片试样, 并测定 10 % 伸长率时的应力 A 和伸长结束后 1 分钟的应力 B. 应力松弛率可由下式算得:

$$(A-B)/A \times 100 \%$$

25 根据日本工业标准(JIS) k-7127 测得的本发明压敏粘合片的杨氏模量较好为 3.0×10^7 - 5.0×10^9 Pa, 更好为 5.0×10^7 - 1.0×10^9 Pa, 最好为 6.0×10^7 - 8.0×10^8 Pa.

当杨氏模量在上面范围内时, 可使根据晶片的形状切割粘附在晶片上的压敏粘合片的步骤合理化.

30 如下面将描述的那样, 在本发明中, 压敏粘合层可由可能量辐照 (能量束) 固化的压敏粘合剂组成. 在这种情况下, 上面应力松弛率和杨氏模量是指在能量辐照固化前压敏粘合层的数值.

对于本发明压敏粘合片的基片，其厚度和杨氏模量之积较好为 1.0×10^3 - 1.0×10^7 N/m，更好为 3.0×10^3 - 5.0×10^6 N/m，最好为 5.0×10^3 - 3.5×10^6 N/m。

基片的厚度较好为 30-1000 微米，宜为 50-800 微米，最好为 80-500 微米。

基片由树脂膜组成，所述膜的类型无特别的限制，只要具有上述性能即可。

5 上述性能可以是树脂本身具有的或者通过加入添加剂而获得，基片可由将可固化树脂形成膜并固化该膜而获得，或者使用热塑性树脂制得。

例如，使用可光致固化的树脂或热固性树脂作为所述可固化的树脂，较好使用可光致固化的树脂。

10 可光致固化的树脂较好选自，例如基本组分为可光致聚合的聚氨酯丙烯酸酯低聚物的树脂组合物。

15 聚氨酯丙烯酸酯低聚物可通过异氰酸酯封端的聚氨酯预聚物与具有羟基的丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯反应制得，所述聚氨酯预聚物是聚酯型或聚醚型多醇化合物与多异氰酸酯化合物（如 2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、1,3-苯二亚甲基二异氰酸酯、1,4-苯二亚甲基二异氰酸酯或二苯甲烷-4,4'-二异氰酸酯）反应获得的，所述(甲基)丙烯酸酯的例子有丙烯酸 2-羟乙酯、甲基丙烯酸 2-羟乙酯、丙烯酸 2-羟丙酯、甲基丙烯酸 2-羟丙酯、聚乙二醇丙烯酸酯或聚乙二醇甲基丙烯酸酯。这种聚氨酯丙烯酸酯低聚物的分子中具有可光致聚合的双键，当受光照射时发生聚合，形成膜。

20 适用于本发明的聚氨酯丙烯酸酯低聚物的分子量为 1000-50,000，较好为 2000-30,000。这些聚氨酯丙烯酸酯可单独使用或组合使用。

通常难以仅用上述聚氨酯丙烯酸酯低聚物制得膜，因此，一般用可光致聚合的单体稀释上述聚氨酯丙烯酸酯低聚物、成膜并固化该膜来制备所述膜，所述可光致聚合的单体的分子中具有可光致聚合的双键，在本发明中，最好使用具有一个较大体积基团的丙烯酸酯化合物。

25 用于稀释聚氨酯丙烯酸酯低聚物的可光致聚合的单体可例如选自：

脂环化合物，如(甲基)丙烯酸异冰片酯、(甲基)丙烯酸二环戊烯基酯、(甲基)丙烯酸二环戊烷基酯、(甲基)丙烯酸二环戊烯氧基酯、(甲基)丙烯酸环己酯和(甲基)丙烯酸金刚烷酯；

芳族化合物，如丙烯酸苯基羟丙酯和丙烯酸苄酯；以及

30 杂环化合物，如(甲基)丙烯酸四氢糠酯、丙烯酸吗啉酯、N-乙烯基吡咯烷酮和 N-乙烯基己内酰胺。根据需要，可使用多官能的(甲基)丙烯酸酯。

按 100 重量份聚氨酯丙烯酸酯低聚物计，上述可光致聚合的单体的加入量较

好为 5-900 重量份，更好为 10-500 重量份，最好为 30-200 重量份。

在用上述可光致固化的树脂制备基片时，在该树脂中混入光致聚合引发剂可减小光致聚合所需的时间和光辐照剂量。

5 这种光致聚合引发剂可以是一种光引发剂，如苯偶姻化合物、乙酰苯化合物、酰基氧化膦化合物、茂钛(titanocene)化合物、噻吨酮化合物或过氧化物，或者是光敏化剂，如胺或醌。它们的具体例子包括 1-羟基环己基苯基酮、苯偶姻、苯偶姻甲醚、苯偶姻乙醚、苯偶姻异丙醚、苄基联苯基硫醚、一硫化四甲基秋兰姆、偶氮二异丁腈、联苯甲酰、联乙酰和 β -氯蒽醌。

10 按 100 重量份的树脂总量计，光致聚合引发剂的加入量宜为 0.05-15 重量份，更好为 0.1-10 重量份，最好为 0.5-5 重量份。

在制造上述可固化的树脂时，可采用各种低聚物和单体的组合，以获得上述性能。

上述树脂中可加入添加剂，例如无机填料，如碳酸钙、氧化硅和云母；金属填料，如铁或铅以及着色剂，如颜料和染料。

15 对于基片膜的形成方法，例如，可用将液态树脂(如预固化的树脂或树脂液)流延在，例如流延板上，形成薄的涂层，随后进行给定的成膜步骤的方法制得基片。在这种方法中，在成膜过程中树脂上形成的应力较小，使形成鱼眼的可能性下降。另外，膜的厚度均匀性较高，厚度偏差一般在 2 % 以内。

20 形成薄膜的另一种较好的方法包括使用 T 型模头或吹胀进行压延或挤出成型。

可对基片的正面，即施加压敏粘合层的那一侧进行电晕处理或叠加另一层作为底涂层，以便增加与压敏粘合剂的粘性。

本发明压敏粘合片是在上述基片上叠加一层压敏粘合层制得的。当所述压敏粘合层是由可紫外光固化的压敏粘合剂组成的时，应使用透明基片。

25 在本发明中，构成上述压敏粘合层的压敏粘合剂在 23 °C 时的弹性模量宜为 5.0×10^4 - 1.0×10^8 Pa，更好为 7.0×10^4 - 8.0×10^7 Pa，最好为 8.0×10^4 - 5.0×10^7 Pa。当压敏粘合层是由后面将要描述的可能量辐照固化的压敏粘合剂组成的时，所述弹性模量是指能量辐照固化前的数据。

30 尽管压敏粘合层的厚度取决于构成该层的材料类型，但是其厚度一般约为 3-100 微米，较好约 10-50 微米。

压敏粘合层可由各种常规的压敏粘合剂制成。这些压敏粘合剂无任何限制，其例子包括橡胶、丙烯酸、硅氧烷和聚乙烯基醚基压敏粘合剂。另外，可使用可

能量辐照固化的、热成形的和亲水性压敏粘合剂。其中，可能量辐照固化的压敏粘合剂在本发明中是最佳的。

可能量辐照固化的压敏粘合剂一般含有丙烯酸压敏粘合剂和可能量辐照聚合的化合物作为主要组分。

5 例如，日本公开专利 No. 60(1985)-196,956 和 60(1985)-223,139 中所述的分子中至少具有两根可光致聚合的碳-碳双键的低分子量化合物广泛地作为可能量辐照聚合的化合物，混入可能量辐照固化的压敏粘合剂中，所述碳-碳双键在光照后可转化成三维的网络结构。这种化合物的具体例子包括三羟甲基丙烷三丙烯酸酯、四羟甲基甲烷四丙烯酸酯、季戊四醇三丙烯酸酯、季戊四醇四丙烯酸酯、二
10 季戊四醇单羟基五丙烯酸酯、二季戊四醇六丙烯酸酯、1,4-丁二醇二丙烯酸酯、1,6-己二醇二丙烯酸酯、聚乙二醇二丙烯酸酯和市售的丙烯酸低聚酯。

另外，除了上述丙烯酸酯化合物以外，聚氨酯丙烯酸酯低聚物也可作为可能量辐照聚合的化合物。聚氨酯丙烯酸酯低聚物可通过异氰酸酯封端的聚氨酯预聚物与具有羟基的丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯反应制得。所述聚氨酯预聚物是用聚酯
15 或聚醚型多醇化合物与多异氰酸酯化合物（如 2,4-甲苯二异氰酸酯、2,6-甲苯二异氰酸酯、1,3-苯二亚甲基二异氰酸酯、1,4-苯二亚甲基二异氰酸酯或二苯甲烷-4,4'-二异氰酸酯）反应获得的，所述丙烯酸酯或甲基丙烯酸酯的例子有丙烯酸 2-羟乙酯、甲基丙烯酸 2-羟乙酯、丙烯酸 2-羟丙酯、甲基丙烯酸 2-羟丙酯、聚乙二醇丙烯酸酯或聚乙二醇甲基丙烯酸酯。

20 对于可能量辐照固化的压敏粘合剂中可能量辐照聚合的化合物与丙烯酸压敏粘合剂的混合比，按 100 重量份丙烯酸压敏粘合剂计，所用的可能量辐照聚合的化合物较好为 50-200 重量份，尤其是 50-150 重量份，最好为 70-120 重量份。在这种情况下，获得的压敏粘合片的初始粘合强度较大，用能量辐照压敏粘合层后其粘合强度急剧下降。因此，在对晶片背面进行研磨后能容易地从晶片和可能
25 量辐照固化的压敏粘合层的界面上进行剥离。

可能量辐照固化的压敏粘合剂可由带有可能量辐照聚合的基团作为侧链的可能量辐照固化的共聚物组成。这种可能量辐照固化的共聚物同时表现出令人满意的粘性和能量辐照固化性能。带有可能量辐照聚合的基团作为侧链的可能量辐照固化的共聚物的详细情况可参见例如日本的公开专利申请 No.93-32,946 和 96-
30 27,239。

在用能量辐照前，上述可能量辐照固化的丙烯酸压敏粘合剂与晶片具有令人满意的粘合强度，在用能量辐照后该粘合强度急剧下降。也就是说，在用能量辐

照前可能量辐照固化的丙烯酸压敏粘合剂可与晶片相粘合，使压敏粘合片具有令人满意的粘合强度，从而对晶片进行表面保护，但是用能量辐照后，可容易地将粘合片从研磨的晶片上剥离。

5 亲水性压敏粘合剂可选自，例如日本专利申请 No.9(1997)-30172 所公开的压敏粘合剂。这些压敏粘合剂包括各种组合物，每一种组合物均包括由含羧基的单体和能与该含羧基的单体共聚的另一种单体、中和剂和交联剂制得的共聚物。

合适的含羧基的单体的例子包括丙烯酸、甲基丙烯酸、巴豆酸、衣康酸、马来酸和富马酸。可与含羧基单体共聚的合适的其它单体的例子包括含烷氧基的(甲基)丙烯酸酯，如(甲基)丙烯酸 2-甲氧基乙酯、(甲基)丙烯酸 2-乙氧基乙酯、(甲基)10 丙烯酸 3-甲氧基丁酯和(甲基)丙烯酸 2-丁氧基乙酯，以及烷基具有 1-18 个碳原子的(甲基)丙烯酸酯。

加入中和剂是为了中和上述共聚物中部分或全部羧基，从而使压敏粘合剂组合物具有亲水性。可将有机胺化合物，如单乙胺、单乙醇胺、二乙胺、二乙醇胺、三乙胺、三乙醇胺或 N,N,N'-三甲基乙二胺用作中和剂。

15 加入交联剂是为了部分交联上述共聚物。交联剂可选自，例如环氧交联剂、异氰酸酯交联剂、羟甲基交联剂、螯合交联剂和氮丙啶交联剂。

使用上述亲水性压敏粘合剂时，剥离压敏粘合片后该压敏粘合剂的残留量相当小。另外，由于使压敏粘合剂聚合物本身具有亲水性，因此该压敏粘合剂具有优良的水洗性，从而仅需使用纯水就可洗去残留粘附在晶片上的任何压敏粘10 合剂。

可用常规技术，使用刮涂机、辊涂机、凹槽辊涂覆机、口模式涂覆机、反向涂覆机(reverse coater)等用上述压敏粘合剂涂覆适当厚度的基片，干燥该压敏粘15 合剂，从而在基片上形成压敏粘合层来制得本发明压敏粘合片。如有必要，可在压敏粘合层上施加一层剥离衬里。

25 上述本发明压敏粘合片用于保护各种被粘物的表面。例如，在储存、传输或加工相当薄的半导体晶片时，本发明压敏粘合片适用于作为表面保护片，尤其在将晶片背面抛光至相当薄的厚度时，它可作为保护性压敏粘合片用于保护电路表面。

在用本发明压敏粘合片研磨半导体晶片背面的步骤中，首先将该压敏粘合片30 的压敏粘合层粘附在晶片表面上。该晶片表面带有线路图案，可通过使用称为层压机的设备以这种方式进行所述粘附步骤，即张力最小，但是实践中完全避免张力是不可能的。因此，在使用常规的压敏粘合片时，张力在压敏粘合片中积聚为

残留应力。但是，在使用本发明压敏粘合片时，通过应力松弛而降低任何内部应力。

随后，用研磨机等将晶片背面研磨至给定厚度，接着任选地进行化学抛光，如蚀刻。在该步骤中，压敏粘合片不仅保护该压敏粘合片固定的晶片，而且还保护与压敏粘合层接触的晶片表面。

上述研磨将晶片的厚度减至例如约 50-200 微米。在使用常规的压敏粘合片时，如上所述在压敏粘合片中，粘附时的张力积聚为残余应力，从而导致很薄的晶片变形。但是，在使用本发明压敏粘合片时，通过应力松弛而减少内应力，结果即使将晶片厚度研磨至相当薄，也不会使晶片变形。

接着，当压敏粘合层是由可能量辐照固化的压敏粘合剂组成时，用能量辐照压敏粘合片的背面(基片一侧)，从而降低压敏粘合层的粘合强度，并从晶片上剥离压敏粘合片。

用于半导体晶片加工的本发明压敏粘合片不仅适用于上述在背面研磨时的表面保护，而且还适合于在硅晶片的镜面抛光以及在半导体晶片加工的其它各个步骤中进行保护。

由上面描述可见，用于半导体晶片加工的本发明压敏粘合片能使半导体晶片的背面，尤其是大直径晶片的背面研磨至相当小的厚度，而不会导致晶片变形。

实施例

下面将参照实施例对本发明进行进一步说明，这些实施例对本发明范围不构成限制。

在下列实施例和比较例中，用下列方法测得“杨氏模量”、“弹性模量”、“应力松弛率”和“晶片变形”。

杨氏模量

根据日本工业标准(JIS) k7127，在 200mm/min 的试验速度下测得。

弹性模量 G'

用扭剪切法测得，其中，试样：直径 8mm × 高 3mm 的圆柱体；仪器：Dynamic Analyzer RDA II(Reometric 制)；频率：1Hz。

应力松弛率

从各个实施例和比较例的压敏粘合片上切下 15mm 宽和 100mm 长的试样。用 Orientec Corporation 制的 Tensilon RTA-100 以 200mm/min 的速率拉伸该试样，测定 10 % 伸长率时的应力 A 和在该伸长率 1 分钟后的应力 B。由下式算得应力

5 松弛率：

$$(A-B)/A \times 100 \%$$

晶片变形

使用粘合带固定仪 (Adwill RAD-3500, Lintec Corporation 制) 将各个实施例和比较例制得的压敏粘合片粘附在硅晶片 (直径 200mm, 厚 750 微米) 上。

10 随后用 Disco Corporation 制的 DFG-840 将晶片研磨至厚 150 微米。研磨后，不除去压敏粘合片，以粘合带一侧向上的方式将晶片放置在第一级平整度表面板上，根据 JIS B 7513 进行精确的检查。

在 17 个测量点进行测定，将表面板视为 0 点。变形的程度是最大值和最小值之差。

15 另外，用相同的方式进行研磨后，将粘附有压敏粘合剂的晶片在 80 ℃ 的热水中浸泡 10 分钟，不除去压敏粘合片，以相同的方式测量变形程度。

实施例 1

20 将 50 重量份重均分子量为 5,000 的聚氨酯丙烯酸酯低聚物 (Arakawa Chemical Industry Co., Ltd 制)、25 重量份丙烯酸异冰片酯、25 重量份丙烯酸苯基羟丙酯、2.0 重量份光致聚合引发剂 (Irgacure 184, Ciba-Geigy 制) 和 0.2 重量份酞菁颜料混合在一起，制得可光致固化树脂的组合物。

25 用供料模 (fountain die) 技术将上述树脂组合物以 110 微米的厚度涂覆在作为流延片的 PET 薄膜 (Toray Industries 制, 38 微米厚) 上，从而形成树脂组合物层，涂覆后，立即将树脂组合物层层压在相同的 PET 薄膜上，用高压汞灯 (160W/cm, 高 10cm) 发出的紫外光辐照之，辐照剂量为 250mJ/cm²，使树脂组合物层交联并固化，剥去两侧的 PET 薄膜，得到 110 微米厚的基片膜，用上述方法测定该基片膜的杨氏模量，结果列于表 1。

30 将 100 重量份丙烯酸压敏粘合剂 (丙烯酸正丁酯和丙烯酸的共聚物)、120 重量份分子量为 8000 的聚氨酯丙烯酸酯低聚物、10 重量份交联剂 (二异氰酸酯化合物) 和 5 重量份光致聚合引发剂 (二苯酮化合物) 混合在一起制得压敏粘合剂组

合物，将该组合物涂覆在所述基片膜的一侧，干燥后形成厚度为 20 微米的压敏粘合层。如此获得压敏粘合片。该压敏粘合层的弹性模量为 $1.5 \times 10^5 \text{ Pa}$ 。

用上面方法测定如此获得的压敏粘合片的应力松弛率和杨氏模量，结果列于表 1。

5 另外，对获得的压敏粘合片进行水变形试验，结果列于表 1。

10 实施例 2

重复实施例 1 相同的步骤，但是使用 N-乙基己内酰胺代替丙烯酸苯基羟丙酯。结果列于表 1。

实施例 3

重复实施例 1 相同的步骤，但是使用 50 重量份丙烯酸异冰片酯，并且不使用丙烯酸苯基羟丙酯。结果列于表 1。

15 实施例 4

将由 91 重量份丙烯酸 2-甲氧基乙酯和 9 重量份丙烯酸制得的 100 重量份丙烯酸共聚物与 4.75 重量份三乙醇胺中和剂（每摩尔羧基 0.2 摩尔）混合在一起，随后加入 1.5 重量份环氧交联剂（每摩尔羧基 0.03 摩尔，Tetrad C，Mitsubishi Gas Chemical Co., Inc.）并充分搅拌。如此获得亲水性压敏粘合剂。

20 重复实施例 1 相同的步骤，但是使用该亲水性压敏粘合剂代替丙烯酸压敏粘合剂。结果列于表 1。

比较例 1

25 将 60 % 苯乙烯-乙烯基异戊二烯嵌段共聚物的甲苯溶液（Hybrar VS-1，Kuraray Co., Ltd. 制）流延在与实施例 1 相同的载膜上，将其在 100 °C 干燥 2 分钟，不层压和不用紫外光辐照。如此得到 300 微米厚的基片膜，其杨氏模量列于表 1。

用与实施例 1 相同的方法用获得的基片膜制得压敏粘合片。结果列于表 1。

比较例 2

30 用聚烯烃/硫醇树脂（BY-314，Asahi Denka Kogyo K.K. 制）代替实施例 1 的可光致固化的树脂组合物形成薄膜，并用与实施例 1 相同的方法固化，得到 250 微米厚的基片膜。用与实施例 1 相同的方法用获得的基片膜制得压敏粘合片。结

果列于表 1。

比较例 3

重复与实施例 1 相同的步骤，但是使用 110 微米厚的低密度聚乙烯膜（商品名：Sumikathene L705）作为基片膜，结果列于表 1。

比较例 4

重复与实施例 1 相同的步骤，但是使用 200 微米厚的低密度聚乙烯膜（商品名：Sumikathene L705）作为基片膜，结果列于表 1。

10

比较例 5

重复与实施例 1 相同的步骤，但是使用 100 微米厚的乙烯/乙酸乙烯酯共聚物膜（乙酸乙烯酯含量为 12 %）作为基片膜，并且使用与实施例 4 相同的亲水性（水溶性）压敏粘合剂作为压敏粘合剂，结果列于表 1。

15

比较例 6

重复与实施例 1 相同的步骤，但是使用 100 微米厚的聚对苯二甲酸乙二醇酯膜作为基片膜，结果列于表 1。

表 1

	基片			压敏粘合层		压敏粘合片		晶片变形(mm)	
	厚度 (微米)	杨氏模量 (Pa)	厚度 × 杨氏模量 (N/m)	厚度 (微米)	弹性模量 (Pa)	应力松弛率 (%)	杨氏模量 (Pa)	研磨后	在 80 °C 的水 中浸泡后
实施例 1	110	1.8×10^8	1.98×10^4	20	1.5×10^5	87	1.7×10^8	0.15	0.18
实施例 2	110	2.0×10^8	2.2×10^4	20	1.0×10^5	72	1.9×10^8	0.30	0.39
实施例 3	150	6.0×10^7	9.0×10^3	40	1.0×10^5	68	6.0×10^7	0.30	0.41
实施例 4	110	1.8×10^8	1.98×10^4	20	1.3×10^6	82	1.7×10^8	0.16	0.18
比较例 1	300	1.0×10^7	3.0×10^3	20	1.5×10^5	18	1.0×10^7	1.12	2.63
比较例 2	250	1.2×10^7	3.0×10^3	20	1.5×10^5	12	1.2×10^7	1.24	2.83
比较例 3	110	1.2×10^8	1.43×10^4	20	1.5×10^5	14	1.3×10^8	1.45	3.54
比较例 4	200	1.3×10^8	2.60×10^4	40	1.5×10^5	14	1.3×10^8	1.51	6.16
比较例 5	120	6.0×10^7	7.2×10^3	10	1.3×10^6	9	5.0×10^7	1.82	6.53
比较例 6	100	3.5×10^9	3.5×10^6	10	1.5×10^5	30	3.5×10^9	0.92	3.90